

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-209176

(43) 公開日 平成8年(1996)8月13日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 1 0 M 169/02

// (C 1 0 M 169/02

105: 32

105: 04

129: 38

審査請求 未請求 請求項の数4 F D (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平7-41388

(22) 出願日 平成7年(1995)2月7日

(71) 出願人 000004204

日本精工株式会社

東京都品川区大崎1丁目6番3号

(72) 発明者 山本 雅雄

神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号

日本精工株式会社内

(72) 発明者 山本 篤弘

神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号

日本精工株式会社内

(72) 発明者 横内 敦

神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号

日本精工株式会社内

(74) 代理人 弁理士 萩野 平 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 グリース組成物

(57) 【要約】 (修正有)

【目的】 高温下での軸受音響特性を改善し、高速から低速回転時における音響特性の長寿命化に適したグリース組成物を提供する。

【構成】 グリース組成物は、水酸基を含まないC₁₂～C₂₄の脂肪酸のリチウム塩0～60wt%と、水酸基を含むC₁₂～C₂₄の脂肪酸のリチウム塩40～100wt%とからなる増ちょう剤と、40℃動粘度が80～300mm²/secでかつエステル油が少なくとも10wt%含む基油とからなり、しかも前記増ちょう剤を5wt%以上で20wt%未満含有して構成される。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 基油と増ちょう剤とを含んでなるグリース組成物であって、前記増ちょう剤は水酸基を含まない $C_{12} \sim C_{24}$ の脂肪酸のリチウム塩 0～60wt%と、水酸基を含む $C_{12} \sim C_{24}$ の脂肪酸のリチウム塩 40～100wt%とからなり、前記基油は 40℃動粘度が 80～300mm²/sec でかつエステル油が少なくとも 10wt%含むとともに、前記増ちょう剤の含有量が 5wt%以上で 20wt%未満であることを特徴とするグリース組成物。

【請求項 2】 エステル油がヒンダードエステル油、芳香族エステル油の少なくとも一種であるあることを特徴とする請求項 1 記載のグリース組成物。

【請求項 3】 基油にエーテル油および／または合成炭化水素油が含有されることを特徴とする請求項 1 記載のグリース組成物。

【請求項 4】 基油と増ちょう剤とを含んでなるグリース組成物であって、前記増ちょう剤がジウレア、ポリウレアの少なくとも 1 種を 5～30wt%含有し、前記基油は 40℃動粘度が 80～300mm²/sec でかつエステル油が少なくとも 10wt%含むことを特徴とするグリース組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、各種軸受に適用されるグリース組成物に関し、特に高温下での軸受音響特性を改善し、高速から低速回転時における音響特性の長寿命化に適したグリース組成物に関する。

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】近年、空気調整装置（エアーコンデショナー）は、その高性能化や多機能化が進み、例えば高速運転による急速冷却で短時間で室内温度を下げた後は、低速運転で一定温度に維持することが行われている。また、低速運転時には、空気の吹き出し音やモータの回転音等を抑えた低騒音運転が要求されている。しかし、低速運転時には装置内部の冷却効率が低下して、モータに組み込まれた軸受の温度は 100～120℃前後まで上昇することがある。その結果、軸受に適用されているグリース組成物が劣化して、騒音を引き起こすことになる。

【0002】従来より空気調整装置の軸受用グリース組成物として、増ちょう剤にリチウム石けん、基油にジオクチルセバケート（DOS）やペンタエリスリトール（PET）等を用いたエステル系グリース組成物が使用されている。このグリース組成物は、リチウム石けんの分散性が良好で音響特性に優れる一方、高温下における音響特性が早期に劣化するという問題点があった。また、特開平 4-252296 号では、ポリオキシエチレンエーテルを添加したリチウムコンプレックスグリース組成物により、滴点を高め、かつ基油と増ちょう剤との分散性を高めることで、音響特性を改善することを提案

している。しかし、前記グリース組成物は、初期の音響特性については優位性が示されているものの、高温下における音響特性についての知見が得られていない。

【0003】そこで本発明は、上記従来技術の問題点を解決し、高温下での軸受音響特性を改善し、高速から低速回転時における音響特性の長寿命化に適したグリース組成物を提供することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】上記の目的は、本発明の、（1）基油と増ちょう剤とを含んでなるグリース組成物であって、前記増ちょう剤は水酸基を含まない $C_{12} \sim C_{24}$ の脂肪酸のリチウム塩 0～60wt%と、水酸基を含む $C_{12} \sim C_{24}$ の脂肪酸のリチウム塩 40～100wt%のとからなり、前記基油は 40℃動粘度が 80～300mm²/sec でかつエステル油が少なくとも 10wt%含むとともに、前記増ちょう剤の含有量が 5wt%以上で 20wt%未満であることを特徴とするグリース組成物、（2）エステル油がヒンダードエステル油、芳香族エステル油の少なくとも一種であるあることを特徴とする前項（1）記載のグリース組成物、（3）基油にエーテル油および／または合成炭化水素油が含有されることを特徴とする前項（1）記載のグリース組成物、（4）基油と増ちょう剤とを含んでなるグリース組成物であって、前記増ちょう剤がジウレア、ポリウレアの少なくとも 1 種を 5～30wt%含有し、前記基油は 40℃動粘度が 80～300mm²/sec でかつエステル油が少なくとも 10wt%含むことを特徴とするグリース組成物、によって達成される。

【0005】以下、本発明に係るグリース組成物を詳細に説明する。本発明のグリース組成物に使用される基油は、エステル油を必須成分とする。このエステル油は特に限定されないが、二塩基酸と分枝アルコールの反応から得られるジエステル油、芳香族系三塩基酸と分枝アルコールの反応から得られる芳香族エステル油、多価アルコールと一塩基酸の反応から得られるヒンダードエステル油が好適に用いられる。耐熱性（使用条件が高温高速下）を考慮すると芳香族エステル油、ヒンダードエステル油の中から選択され、単独または混合して用いるのが特に好ましい。ジエステル油としては、ジオクチルアジペート（DOA）、ジイソブチルアジペート（DIBA）、ジブチルアジペート（DBA）、ジオクチルアゼレート（DOZ）、ジブチルセバケート（DBS）、ジオクチルセバケート（DOS）、メチル・アセチルリシノレート（MAR-N）等が挙げられる。芳香族エステル油としては、トリオクチルトリメリテート（TOTM）、トリデシルトリメリテート、テトラオクチルピロメリテート等が挙げられる。

【0006】ヒンダードエステル油としては、以下に示す多価アルコールと一塩基酸を適宜反応させて得られるものが挙げられる。多価アルコールに反応させる一塩基

酸は単独でもいいし、複数用いてもよい。さらに、多価アルコールと二塩基酸・一塩基酸の混合脂肪酸とのオリゴエステルであるコンプレックスエステルとして用いても良い。多価アルコールとしては、トリメチロールプロパン (TMP)、ペンタエリスリトール (PE)、ジペンタエリスリトール (DPE)、ネオペンチルポリコール (NPG)、2-メチル-2-プロピル-1, 3-ブロパジオール (MPPD) 等が挙げられる。一塩基酸としては、主にC₄からC₁₈の一価脂肪酸が用いられる。具体的には、例えば酪酸、吉草酸、カプロン酸、カプリル酸、エナント酸、ペラルゴン酸、カプリン酸、ウンデカン酸、ラウリン酸、ミスチリン酸、パルミチン酸、牛脂脂肪酸、スレアリン酸、カプロレイン酸、ウンデシレン酸、リンデル酸、ツズ酸、フィゼテリン酸、ミリストレイン酸、パルミトレイン酸、ペトロセリン酸、オレイン酸、エライジン酸、アスクレピン酸、バクセン酸、ソルビン酸、リノール酸、リノレン酸、サベニン酸、リシノール酸などがある。

【0007】以上のエステル油は、基油全量の少なくとも10wt%、好ましくは15wt%以上含まれる。エステル油が10wt%未満では、特に低速時における高温耐久性が十分得られない。

【0008】本発明のグリース組成物には、エステル油以外にも基油成分として合成炭化水素油、エーテル油を配合することができる。合成炭化水素油としては、ポリ- α -オレフィン油、 α -オレフィンとエチレンとのコオリゴマー合成油等がある。エーテル油としては、ジフェニル、トリフェニル、テトラフェニルのC₁₂~C₂₀の(ジ)アルキル鎖が誘導された、フェニルエーテル油がある。特に高温高速耐久性を考慮すれば、(ジ)アルキルポリフェニルエーテル油が好ましい。これらの配合割合は、90wt%以内である。

【0009】基油粘度は40℃動粘度が80~300mm²/secの範囲であるが、特に80~250mm²/secが好ましい。前記動粘度が80mm²/sec未満では、特に低速回転時に成膜性が十分でなく、300mm²/sec以上の高粘度になるとモータに負荷がかかりすぎ、軸受トルクが高くなるため好ましくない。

【0010】本発明のグリース組成物に使用される増ちょう剤は、水酸基を含まないC₁₂~C₂₄の脂肪酸のリチウム塩(以下、リチウム石けんAと呼ぶ)と、水酸基を含むC₁₂~C₂₄の脂肪酸のリチウム塩(以下、リチウム石けんBと呼ぶ)とから構成される。このリチウム石けんBは、構造中に含む水酸基の作用により基油との親和性が高く、分散性が良好で、グリース組成物を適用した軸受の音響特性を向上させることができる。また、水酸基を構造中に持たないリチウム石けんAを併用することで、石けん構造がより安定し、緻密な石けん構造が得られ、本願発明の高温条件下での耐久性を改善する。リチウム石けんAとリチウム石けんBとを混合して用いる場

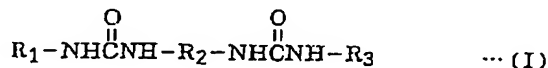
合は、リチウム石けんAが0~60wt%であり、リチウム石けんBが40~100wt%の範囲となるように配合することが好ましい。また、前記増ちょう剤は、グリース組成物中に5wt%以上で20wt%未満、好ましくは5~18wt%含有される。増ちょう剤が5wt%未満では、ちょう度が大きくなり、グリースが軟化し軸受からのグリースもれを生じ十分な音響特性が得られない。20wt%以上ではトルク及び高温時における音響特性に劣る。

【0011】リチウム石けんAとしては、特に限定されないが、ラウリン酸(C₁₂)リチウム、ミリスチン酸(C₁₄)リチウム、パルミチン酸(C₁₆)リチウム、マルガリン酸(C₁₇)リチウム、ステアリン酸(C₁₈)リチウム、アラキジン酸(C₂₀)リチウム、ベヘン酸(C₂₂)リチウム、リグノセリン酸(C₂₄)リチウム、牛脂脂肪酸リチウム等が挙げられ、望ましくはステアリン酸リチウムおよび牛脂脂肪酸リチウムである。リチウム石けんBとしては、特に限定されないが、9-ヒドロキシステアリン酸リチウム、10-ヒドロキシステアリン酸リチウム、12-ヒドロキシステアリン酸リチウム、9, 10-ジヒドロキシステアリン酸リチウム、リシノール酸リチウム、リシノエライジン酸リチウム等が挙げられ、望ましくは12-ヒドロキシステアリン酸リチウムである。

【0012】本発明のグリース組成物においては、前記リチウム石けんからなる増ちょう剤に代えて、下記一般式(1)で示されるジウレア、ポリウレアを使用することができる。

【0013】

【化1】



【0014】式中、R₂は炭素数6~15の芳香族系炭化水素基、R₁およびR₃は炭素数6~12の芳香族系炭化水素基、シクロヘキシル基、炭素数7~12のシクロヘキシル誘導体基あるいは炭素数8~20のアルキル基を表す。

【0015】具体的には、ジウレアとして後述するIA及びIBの化合物や、またポリウレアとしてIA及びIBの化合物の構造が三量化又は四量化した化合物等を挙げることができる。

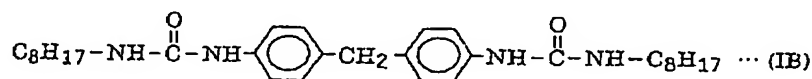
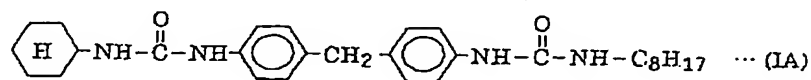
【0016】このウレア系増ちょう剤は、ジウレアまたはポリウレアをそれぞれ単独で、若しくは混合して、グリース組成物中に5~30wt%、好ましくは10~30wt%含有される。増ちょう剤が5wt%未満では、ちょう度が大きくなり、グリースが軟化し軸受からのグリースもれを生じ十分な音響特性が得られない。30wt%以上では初期における音響不良(耐久テスト前)及びトルクが大きくなり、低温異常音が発生する可能性も

でてくる。また、ジウレアとポリウレアとを混合して使用する場合、その配合割合は特に制限されない。

【0017】本発明のグリース組成物は、前記基油と増ちょう剤とを含んでなるが、その好ましい特性を損なわない限り、基油と増ちょう剤以外に、防錆剤、酸化防止剤等を含有することができる。例えば、リチウム以外の金属塩からなる金属石けん、ペントンやシリカゲル等の他の増ちょう剤；アミン系、フェノール系、イオウ系、ジチオリン酸亜鉛等の酸化防止剤；塩素系、イオウ系、リン系、ジチオリン酸亜鉛、有機モリブデン等の極圧剤；脂肪酸、植物油等の油性剤；石油スルホネート、ジノニルナフタレンスルホネート、ソルビタンエステル等の防錆剤；ベンゾトリアゾールや亜硝酸ソーダ等の金属不活性化剤；ポリメタクリレート、ポリイソブチレン、ポリスチレン等の粘度指数向上剤等を、単独または2種以上組み合わせて添加することができる。

【0018】

*



【0020】

※ ※【表1】

表 1 実施例

組 成・性 状		1	2	3	4	5	6	7	8	9
増ちょう剤	ステアリン酸リチウム	50	50	50	50	40	40	60	—	—
	12-OHステアリン酸リチウム	50	50	50	50	60	60	40	50	90
	ウ レ ア	—	—	—	—	—	—	—	—	—
基 油	エステル油	850	85	850	850	850	213	850	900	860
	エーテル油	—	765	—	—	—	637	—	—	—
	ポリ- α -オレフィン	—	—	—	—	—	—	—	—	—
添 加 剤		50	50	50	50	50	50	50	50	50
増ちょう剤量 (wt%)		10	10	10	10	10	10	10	5	9
基油粘度 (40°C、mm ² /sec)		80	110	182	238	80	85	80	80	85
音響特性	300rpm	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	5600rpm	○	○	○	○	○	○	○	○	○
動 ト ル ク		○	○	○	○	○	○	○	○	○

【0021】

【表2】

*【実施例】本発明を実施例に基づいて、更に詳細に説明する。但し、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

【実施例1～26、比較例 1～20】表1～表6に示すような増ちょう剤と基油の配合で、各グリース組成物を作成した。尚、ステアリン酸リチウム、12-OHステアリン酸リチウムおよび基油の総量は950gであり、これに酸化防止剤、錆止め剤、金属不活性化剤を総量で50g加え、総量1000gのグリース組成物とした。同様に、増ちょう剤として下記ウレア化合物（IA）を用いて基油との総量950gとし、これに酸化防止剤、錆止め剤、金属不活性化剤を総量で50g加え、総量1000gのグリース組成物とした。また、各グリース組成物の増ちょう剤量（wt%）および基油粘度（40°C）を同表に併記する。

【0019】

【化2】

表 2 実施例

組 成・性 状		10	11	12	13	14	15	16	17
増ちょう剤	ステアリン酸リチウム	60	75	—	—	—	—	45	15
	12-OHステアリン 酸リチウム	60	75	100	150	150	180	105	85
	ウ レ ア	—	—	—	—	—	—	—	—
基 油	エステル油	484	524	850	800	800	200	800	850
	エーテル油	346	—	—	—	—	600	—	—
	ポリ- α -オレフィン	—	276	—	—	—	—	—	—
添 加 剤		50	50	50	50	50	50	50	50
増ちょう剤量 (wt%)		12	15	10	15	15	18	15	10
基油粘度 (40°C、mm ² /sec)		110	85	80	120	280	85	120	85
音響特性	3 0 0 rpm	○	○	○	○	○	○	○	○
	5 6 0 0 rpm	○	○	○	○	○	○	○	○
動 ト ル ク		○	○	○	○	○	○	○	○

【0022】

* 20 * 【表 3】

表 3 実施例

組 成・性 状		18	19	20	21	22	23	24	25	26
増ちょう剤	ステアリン酸リチウム	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	12-OHステアリン 酸リチウム	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	ウ レ ア	50	50	50	110	150	200	230	300	300
基 油	エステル油	900	900	438	840	80	750	108	98	650
	エーテル油	—	—	462	—	720	—	612	552	—
	ポリ- α -オレフィン	—	—	—	—	—	—	—	—	—
添 加 剤		50	50	50	50	50	50	50	50	50
増ちょう剤量 (wt%)		5	5	5	11	15	20	23	30	30
基油粘度 (40°C、mm ² /sec)		80	120	185	95	110	270	90	90	135
音響特性	3 0 0 rpm	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	5 6 0 0 rpm	○	○	○	○	○	○	○	○	○
動 ト ル ク		○	○	○	○	○	○	○	○	○

【0023】

40 【表 4】

表 4 比較例

組 成・性 状		1	2	3	4	5	6	7	8	9
増ちょう剤	ステアリン酸リチウム	50	50	50	60	105	70	—	—	—
	12-OHステアリン 酸リチウム	50	50	50	60	45	150	50	100	100
	ウ レ ア	—	—	—	—	—	—	—	—	—
基 油	エステル油	350	850	850	457	800	750	493	332	—
	エーテル油	—	—	—	373	—	—	407	518	850
	ポリ- α -オレフィン	—	—	—	—	—	—	—	—	—
添 加 剤		50	50	50	50	50	50	50	50	50
増ちょう剤量 (wt%)		10	10	10	12	15	22	5	10	10
基油粘度 (40°C、mm ² /sec)		31	53	320	70	80	80	50	60	97
音響特性	3 0 0 rpm	×	×	○	△	○	△	×	×	△
	5 6 0 0 rpm	△	△	○	○	△	△	△	△	○
動 ト ル ク		○	○	×	○	○	○	○	○	○

【0024】

20【表5】

表 5 比較例

組 成・性 状		10	11	12	13	14	15	16	17	18
増ちょう剤	ステアリン酸リチウム	—	—	—	170	—	—	—	—	—
	12-OHステアリン 酸リチウム	100	100	100	—	250	—	—	—	—
	ウ レ ア	—	—	—	—	—	50	50	110	200
基 油	エステル油	—	—	36	—	700	411	900	—	750
	エーテル油	—	688	814	780	—	—	—	840	—
	ポリ- α -オレフィン	850	162	—	—	—	485	—	—	—
添 加 剤		50	50	50	50	50	50	50	50	50
増ちょう剤量 (wt%)		10	10	10	17	25	5	5	11	20
基油粘度 (40°C、mm ² /sec)		100	129	105	97	80	53	31	97	350
音響特性	3 0 0 rpm	△	△	△	△	△	×	×	△	○
	5 6 0 0 rpm	△	○	○	△	△	△	△	○	○
動 ト ル ク		○	○	○	○	○	○	○	○	×

【0025】

【表6】

表 6 比較例

組 成・性 状		19	20
増ちょう剤	ステアリン酸リチウム	—	—
	12-OHステアリン酸リチウム	—	—
	ウ レ ア	300	350
基 油	エステル油	28	600
	エーテル油	622	—
	ポリ- α -オレフィン	—	—
添 加 剤		50	50
増ちょう剤量 (wt%)		30	35
基油粘度 (40℃, mm ² /sec)		105	85
音響特性	3 0 0 rpm	△	—
	5 6 0 0 rpm	○	—
動 ト ル ク		○	×

【0026】各グリース組成物を試験軸受に適用し、
(1) 軸受音響試験および(2) 回転トルク試験に供した。

【0027】(1) 軸受音響試験

試験軸受として、石油ベンジンで回転洗浄を2回行い、室温放置して乾燥させて完全脱脂した内径6mm、外径15mm、幅5mmのプラスチック保持器付き玉軸受を用い、この試験軸受に注射器を用いて各グリース組成物を0.050g封入し、非接触ゴムシールで密封した。前記軸受を各グリース組成物毎に16個ずつ用意し、図1および図2に示すグリース寿命試験機に装着した。このグリース寿命試験機は、ハウジング1内に入れた試験軸受を、ゴムベルト2およびプーリ3を介してモータ4の動力にて回転させるものである。そして、グリース寿命試験機を120℃に調整された恒温槽中に収納し、内輪を300rpmおよび5600rpm (いずれもアキシャル荷重2kgf) で1000時間回転させた。1000時間後、軸受を取り出し、下記の評価基準により軸受の音響特性を調べた。

【0028】軸受の音響測定はアンデロンメータを用いて行い、グリース組成物を封入した直後の軸受のアンデロン値と、1000時間回転後の軸受のアンデロン値とを比較して音響特性の判定を行った。判定結果を、音響特性の低下なし「○」、低下やや有り「△」および低下有り「×」として、上記表1～表6に示した。本発明に係るグリース組成物(実施例1～26)は、低速回転時および高速回転時とも音響特性に優れていることがわかる。これに対して比較例1～19は、特に低速回転時における音響特性に劣る傾向がある。なお、比較例20は初期音響不良のために音響測定をしなかった。

【0029】(2) 回転トルク試験

試験軸受として、石油ベンジンで回転洗浄を2回行い、室温放置して乾燥させて完全脱脂した内径5mm、外径13mm、幅4mmのプラスチック保持器付き玉軸受を用い、この試験軸受に注射器を用いて各グリース組成物を0.016g封入し、非接触ゴムシールで密封した。回転トルク試験は、前記軸受を各グリース組成物毎に5個ずつ用意し、図3に示すトルク測定装置に装着して、2kgfの予圧を付与した状態で軸受10の内輪を36000回転させ、ストレインゲージ11を用いて測定したトルク値をレコーダに記録し、回転10分後のトルクがほぼ安定した時の値で判定した。尚、図3において、12はエアスピンドル、13はアーバ、14はアルミキャップ、15はエアベアリングである。

【0030】判定結果を上記表1～表6に併記する。表中、測定値が3kgf・cm以下なら「○」、3kgf・cmを越えるものは「×」とした。本発明に係るグリース組成物(実施例1～26)は、何れも回転トルクが小さく、実用上好ましいことがわかる。また比較例から、基油粘度が本発明の範囲外にあると、回転トルクが大きくなることが確認された。

【0031】

【発明の効果】以上説明したように、本発明のグリース組成物は、40℃における動粘度が80～300mm²/secでかつエステル油が少なくとも10wt%含む基油と、水酸基を含まないC₁₂～C₂₄の脂肪酸のリチウム塩と水酸基を含むC₁₂～C₂₄の脂肪酸のリチウム塩とからなる増ちょう剤またはウレア系の増ちょう剤とを含んでなることを特徴とし、それにより高温下での軸受音響特性を改善し、高速から低速回転時における音響特性の長寿命化が実現できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】軸受音響試験に使用した装置の概略図である。

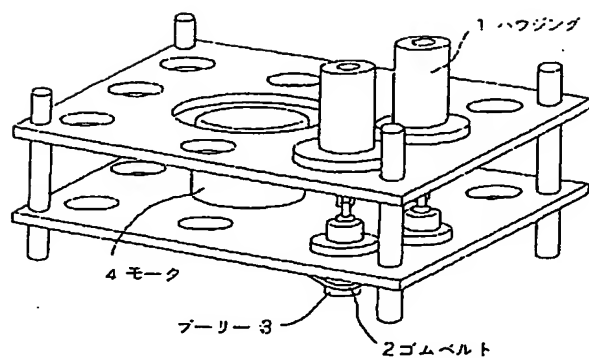
【図2】図1の装置の回転機構を説明するための要部断面図である。

【図3】回転トルク試験に使用した装置の概略図である。

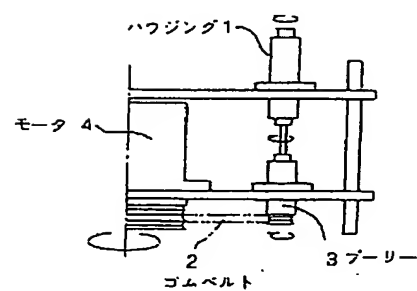
【符号の説明】

- 1 ハウジング
- 2 ゴムベルト
- 3 プーリ
- 4 モータ
- 10 軸受
- 11 ストレインゲージ
- 12 エアスピンドル
- 13 アーバ
- 14 アルミキャップ
- 15 エアベアリング

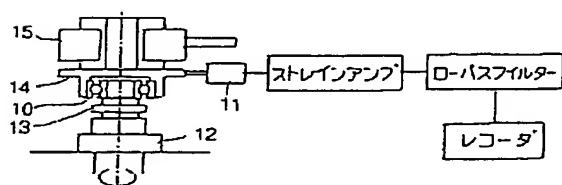
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁶

C 1 0 M 133:20)

C 1 0 N 10:02

20:02

30:00

30:08

40:02

50:10

識別記号

序内整理番号

F I

技術表示箇所

Z

(72) 発明者 中 道治

神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号

日本精工株式会社内